

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
13 février 2003 (13.02.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 03/012156 A1

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :  
C22C 38/18, 38/04, 38/02, C23C 8/22, 8/32

de l' Arche, Faubourg de l' Arche, 92419 Courbevoie  
Cedex (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR02/02596

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **BADARD, André** [FR/FR]; 16 boulevard Loucheur, F-42700 Firminy (FR). **DAGUIER, Pascal** [FR/FR]; 7, rue du Haut de Molleux, F-57685 Augny (FR). **CHABRETOU, Valérie** [FR/FR]; 116, route de Plappeville, F-57050 La Ban Saint Martin (FR).

(22) Date de dépôt international : 19 juillet 2002 (19.07.2002)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
0109871 24 juillet 2001 (24.07.2001) FR

(74) Mandataires : **NEYRET, Daniel** etc.; Cabinet Lavoix, 2, Place d' Estienne d'Orves, F-75441 Paris Cedex 09 (FR).

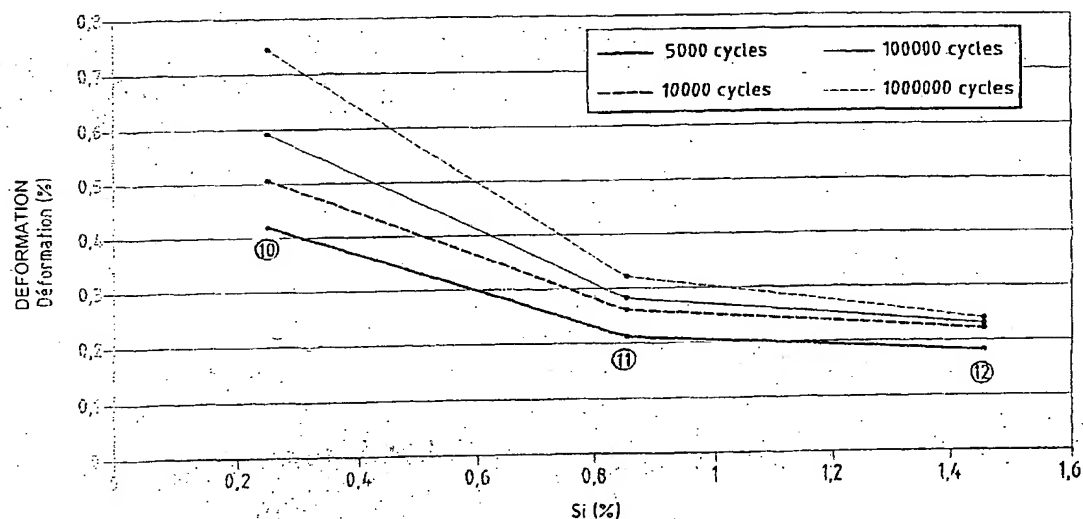
(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **AS-COMETAL** [FR/FR]; Immeuble "Le Colisée", 10 avenue

(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR MAKING A MECHANICAL COMPONENT, AND RESULTING MECHANICAL COMPONENT

(54) Titre : PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE MECANIQUE, ET PIECE MECANIQUE AINSI REALISEE



(57) Abstract: The invention concerns a method for making a steel mechanical component, characterised in that the steel composition is, in wt. %:  $0.12 \leq C \leq 0.30$  %;  $0.8 \leq Si \leq 1.5$  %;  $1.0 \leq Mn \leq 1.6$  %;  $0.4 \leq Cr \leq 1.6$  %;  $0 \leq Mo \leq 0.30$  %;  $0 \leq Ni \leq 0.6$  %;  $0 \leq Al \leq 0.06$  %;  $0 \leq Cu \leq 0.30$  %;  $0 \leq S \leq 0.10$  %;  $0 \leq P \leq 0.03$  %;  $0 \leq Nb \leq 0.050$  %; the balance being iron and impurities resulting from the manufacturing process, and it consists in subjecting the component to low-pressure carburizing and low-pressure carbonitriding. The invention also concerns the resulting mechanical component.

(57) Abrégé : L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une pièce mécanique en acier, caractérisé en ce que la composition de l'acier est, en pourcentages pondéraux : 0,12 C 0,30% 0,8 Si 1,5% 1,0 Mn 1,6% 0,4 Cr 1,6% 0 Mo 0,30% 0 Ni 0,6% 0 Al 0,06% 0 Cu 0,30%

[Suite sur la page suivante]

WO 03/012156 A1



DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publiée :**

— avec rapport de recherche internationale

(84) **États désignés (régional) :** brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

S 0,10% 0 P 0,03% 0 Nb 0,050% le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, et en ce qu'on fait subir à ladite pièce une cémentation sous basse pression ou une carbonituration sous basse pression. L'invention a également pour objet une pièce mécanique ainsi obtenue.

Procédé de fabrication d'une pièce mécanique, et pièce mécanique ainsi réalisée.

5

L'invention concerne le domaine de la sidérurgie, et, plus précisément, celui des pièces mécaniques en acier telles que des pignons.

Les aciers pour pignonnerie doivent avoir une grande résistance à la fatigue de contact. La plupart du temps, ils subissent un traitement de  
10 cémentation ou de carbonitruration pour leur procurer une dureté superficielle et une résistance mécanique suffisantes, tout en leur conservant une bonne ténacité à cœur grâce, notamment, à une teneur en carbone de l'ordre de 0,10 à 0,30% seulement. Dans la couche cémentée, cette teneur en carbone peut aller jusqu'à 1% environ.

15

Le document US-A-5,518,685 décrit des aciers pour pignonnerie destinés à être cémentés. Ils contiennent principalement, en pourcentages pondéraux, 0,18 à 0,25% de C, 0,45 à 1% de Si, 0,40 à 0,70% de Mn, 0,30 à 0,70% de Ni, 1,0 à 1,5% de Cr, 0,30 à 0,70% de Mo, jusqu'à 0,50% de Cu, 0,015 à 0,030% d'Al, 0,03 à 0,30% de V, 0,010 à 0,030% de Nb, jusqu'à  
20 15 ppm d'O, de 100 à 200 ppm de N. Ils subissent après cémentation un traitement de trempe-revenu évitant la formation de ferrite à cœur. Les teneurs en Si et Mn sont ici maintenues dans des limites relativement basses, pour éviter une oxydation intergranulaire lors du traitement de cémentation.

Le document JP-A-4-21757 décrit des aciers pour pignonnerie  
25 destinés à être cémentés par plasma ou sous pression réduite, puis grenaillés.

Leur composition est, en pourcentages pondéraux, 0,10 à 0,30% de C, 0,25 à 1,50% de Si, 0,2 à 2% de Mn, jusqu'à 0,015% de P, jusqu'à 0,020% de S, jusqu'à 2% de Cr, de 0,2 à 1% de Mo, avec Si + Mo compris entre 0,6 et 2%, 0,010 à 0,060% d'Al, de 50 à 250 ppm de N et jusqu'à 15 ppm d'O. Ces  
30 aciers ont une haute résistance à la pression superficielle subie par le pignon, dont la durée de vie est ainsi élevée.

Cependant, les utilisateurs de pignons, par exemple pour des boîtes de vitesses de véhicules, sont confrontés au problème suivant. On observe à la longue l'apparition de jeux entre les diverses pièces constituant le système  
35 mécanique auquel sont intégrés les pignons. Ces jeux dégradent les fonctionnalités des pièces, en augmentant leurs sollicitations cycliques, les vibrations, les nuisances sonores, et endommagent prématurément les pièces.

Ces jeux sont liés aux modifications dimensionnelles des pièces, qui se produisent soit lors de leurs traitements thermiques et/ou thermochimiques, soit lors de leurs utilisations suite à des déformations plastiques en service. Pour éviter ou limiter les déformations plastiques en service, suivant la pièce et les sollicitations, il est parfois suffisant d'agir sur les propriétés de la couche superficielle correspondant à la zone où les contraintes exercées sont au plus haut niveau, en particulier en pignonnerie. Mais les propriétés du substrat (l'acier qui a subi la cémentation) vis à vis des déformations permanentes en cours de cyclage influencent aussi les déformations plastiques en service de la pièce.

Le but de l'invention est de fournir des pièces mécaniques en acier, notamment des pièces pour pignonnerie, présentant une faible déformation en service, de manière à minimiser l'apparition de jeux, par conservation des cotes et de la géométrie des pièces concernées.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une pièce mécanique en acier, caractérisé en ce que la composition de l'acier est, en pourcentages pondéraux :

- $0,12 \leq C \leq 0,30\%$
- $0,8 \leq Si \leq 1,5\%$
- $1,0 \leq Mn \leq 1,6\%$
- $0,4 \leq Cr \leq 1,6\%$
- $0 \leq Mo \leq 0,30\%$
- $0 \leq Ni \leq 0,6\%$
- $0 \leq Al \leq 0,06\%$
- $0 \leq Cu \leq 0,30\%$
- $0 \leq S \leq 0,10\%$
- $0 \leq P \leq 0,03\%$
- $0 \leq Nb \leq 0,050\%$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, et en ce qu'on fait subir à ladite pièce une cémentation sous basse pression ou une carbonitruration sous basse pression.

L'acier peut également contenir au moins un élément sélectionné parmi jusqu'à 0,02% de Te, jusqu'à 0,04% de Se, jusqu'à 0,07% de Pb, jusqu'à 0,05% de Ca, jusqu'à 0,08% de Bi.

Selon une variante de l'invention, l'acier contient de 0,008 à 0,05 % d'Al, de 0,02 à 0,05 % de Nb et de 0,007 à 0,025 % de N, et la cémentation ou la carbonitruration est pratiquée entre 950 et 1100 °C.

L'invention a également pour objet une pièce mécanique, caractérisée en ce qu'elle est réalisée par le procédé précédent.

Cette pièce mécanique peut être une pièce de pignonnerie.

L'invention consiste à ajuster la composition de l'acier, notamment ses teneurs en Si et Mn, pour obtenir une déformation plastique cyclique en service de l'ensemble de la pièce aussi faible que possible, et à coupler cet ajustement de la composition à la réalisation de la cémentation ou de la carbonitruration sous basse pression.

La déformation plastique en service dépend à la fois des efforts exercés sur la pièce et du matériau utilisé. Elle est liée d'une part aux caractéristiques mécaniques intrinsèques du matériau, en particulier à l'évolution de la limite d'élasticité au cours du cyclage, c'est-à-dire la limite d'élasticité dynamique, et d'autre part à la stabilité structurale en service, en particulier à la stabilité thermique ou mécanique de l'austénite résiduelle souvent présente dans les matériaux utilisés. Celle-ci est susceptible de se transformer en martensite lors d'un échauffement de la pièce. Les inventeurs ont déterminé des conditions de composition chimique d'un acier pour pièces cémentées ou carbonitrurées permettant de minimiser la déformation plastique produite à chaque cycle de sollicitation en service. Elles ont été établies en procédant à une première série d'essais de compression et à des mesures de stabilité de l'austénite sur des aciers dont la composition reproduisait celle de la couche superficielle obtenue après une cémentation d'aciers selon l'invention. Ces résultats ont ensuite été complétés par des essais réalisés sur des échantillons en tous points conformes à l'invention, qui ont montré que ces aciers étaient aptes à constituer des pièces cémentées ayant, à cœur, les propriétés mécaniques souhaitées, notamment une faible déformation rémanente lors de sollicitations cycliques.

La cémentation ou carbonitruration sous basse pression (à titre non limitatif de 3 à 20 mbar, soit 300 à 2000 Pa), généralement suivie d'une trempe gaz pouvant également être suivie d'une trempe par un autre fluide (huile, polymère...) est une technique utilisable dans le domaine de la pignonnerie automobile du fait de ses avantages en matière de tenue en service. En effet, cette technique permet d'éviter toute oxydation des pièces jusqu'à l'extrême

surface, ce qui confère à celles-ci une meilleure tenue en fatigue et en service. Lors d'une cémentation ou carbonitruration classique, on observe une oxydation en surface, notamment le long des joints de grains, qui est très préjudiciable à la tenue en service. L'utilisation de l'acier décrit justifie d'autant plus l'emploi d'une cémentation ou carbonitruration sous basse pression qu'il contient des éléments fortement oxydables tels que Mn et Si et que cette technique permet en même temps de limiter les déformations. Avantageusement, cette cémentation ou carbonitruration basse pression est réalisée à haute température, c'est-à-dire entre 950 et 1100 °C, ce qui permet de diviser le temps de traitement par 2 à 3, par rapport à une opération réalisée à 820 – 930 °C comme habituellement. Dans ces conditions, il est préférable d'ajuster la composition de l'acier de manière à éviter une croissance excessive des grains.

La cémentation et la carbonitruration étant deux techniques de traitement de surface ayant des objectifs similaires et étant réalisées dans des conditions semblables mise à part la nature de l'atmosphère de traitement, elles peuvent être indifféremment utilisées dans le cadre du procédé selon l'invention.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, donnée en référence aux figures suivantes :

- la figure 1 qui montre le taux de déformation rémanente subie lors d'essais de fatigue-compression par deux échantillons d'aciers simulant les aciers utilisés dans le cadre de l'invention et un acier de référence, en fonction de la teneur en silicium de l'acier et du nombre de cycles de déformation ;
- la figure 2 qui montre ce même taux de déformation rémanente après  $10^6$  cycles pour différents aciers simulant les aciers utilisés dans le cadre de l'invention et aciers de référence, en fonction de leurs teneurs en silicium et manganèse.
- la figure 3 qui montre le taux de déformation rémanente subie lors d'essais de fatigue-compression par un échantillon d'acier utilisé dans le cadre de l'invention et un échantillon de référence à basse teneur en silicium, en fonction du nombre de cycles de déformation.

Les aciers utilisés dans le cadre de l'invention doivent avoir la composition suivante. Tous les pourcentages sont des pourcentages pondéraux.

Leur teneur en carbone doit être comprise entre 0,12 et 0,3%, ce qui correspond sensiblement aux teneurs habituellement rencontrées sur les aciers

pour pignonnerie. La cémentation ou la carbonitruration doit porter, comme il est classique, cette teneur à plus de 0,5%, généralement entre 0,7 et 1% dans leur couche superficielle. Le traitement de cémentation ou carbonitruration est effectué par cémentation ou carbonitruration sous basse pression pour les raisons qui ont été indiquées.

On doit avoir une teneur en Mn suffisamment élevée entre 1 et 1,6% pour donner à l'acier une trempabilité permettant une moindre déformation aux traitements thermiques et/ou thermochimiques. En l'associant à une teneur en Si comprise entre 0,8 et 1,5% on agit, de plus, sur les déformations plastiques pouvant être provoquées par les sollicitations cycliques en service.

Les résultats expérimentaux présentés plus loin permettront de préciser les avantages de cette gamme de teneurs en Si et Mn. On peut déjà dire qu'une teneur en Si trop faible a pour effet une déformation rémanente trop importante lors d'efforts cycliques. Une teneur trop élevée est susceptible d'entraîner dans la couche de cémentation la formation d'îlots de ferrite préjudiciables aux propriétés mécaniques requises. Elle rendrait également plus difficile la mise en forme à chaud ou à froid de la pièce. Une teneur en Mn trop faible est également néfaste à la déformation rémanente lors d'efforts cycliques, car la faible quantité d'austénite résiduelle procure une stabilité structurale insuffisante lors des déformations. Une teneur en Mn trop forte provoque une teneur en austénite résiduelle trop importante, ayant pour conséquence des caractéristiques mécaniques de ductilité trop faibles et des déformations rémanentes trop élevées.

Le teneur en chrome doit être comprise entre 0,4 et 1,6%, de manière à procurer une bonne trempabilité à l'acier et des propriétés mécaniques à coeur suffisantes en termes de dureté et de résistance. Une teneur supérieure à 1,6% n'est plus nécessaire de ce point de vue, et rend, de plus, l'élaboration de l'acier plus difficile.

Le molybdène optionnellement présent permet d'ajuster la trempabilité de l'acier. Au-dessus de 0,30%, l'addition devient trop coûteuse et superflue pour obtenir l'ajustement de la trempabilité.

La teneur en nickel doit être comprise entre 0% (ou la teneur résultant naturellement d'une élaboration sans ajout de Ni) et 0,6%. L'ajout de Ni permet d'obtenir une meilleure tenue aux chocs qui peut se révéler importante lors du montage de l'ensemble mécanique auquel la pièce est intégrée. Au-delà de 0,6%, on n'obtient pas d'effet supplémentaire et le coût de l'acier est inutilement accru.

La teneur en aluminium doit être comprise entre des traces résultant de l'élaboration et 0,06%. Cet élément désoxydant n'est pas indispensable, la désoxydation que permettent d'obtenir le silicium et le manganèse étant suffisante. De plus, si l'élaboration et la coulée ne sont pas assez soignées, il y a un risque d'une présence excessive d'inclusions d'alumine constituant des sites d'amorçage pour les fissures de fatigue, lorsque des quantités d'Al significatives sont ajoutées. Cependant, si les conditions d'élaboration et de coulée sont bien maîtrisées, il peut être intéressant d'ajouter de l'Al pour éviter une croissance des grains excessive lors de la cémentation ou de la carbonitruration, ce qui est favorable à une moindre propagation des fissures. Si la cémentation ou la carbonitruration est pratiquée à haute température, la teneur en Al est de 0,008 à 0,05 % de préférence, pour éviter une croissance excessive des grains, en conjonction avec des teneurs préférentielles en Nb et N qui seront citées plus loin.

La teneur en cuivre, résultant de l'élaboration de l'acier, ne doit pas dépasser 0,30% pour ne pas dégrader la ductilité et la ténacité du matériau à coeur.

La teneur en soufre peut être comprise entre de simples traces et 0,10%. Cet élément peut être rajouté si on désire améliorer l'usinabilité de l'acier.

La teneur en phosphore ne doit pas dépasser 0,03%, afin de ne pas causer de ségrégation excessive aux joints de grains lors du revenu, ce qui fragiliserait l'acier.

La teneur en niobium peut être comprise entre de simples traces résultant de l'élaboration et 0,050%. Un ajout de niobium permet d'obtenir une taille de grains plus homogène qui favorise l'homogénéité de la déformation plastique en service et minimise encore cette déformation. Au delà de 0,050%, l'effet du niobium n'augmente plus, et une addition à des teneurs plus élevées augmenterait inutilement le coût de l'acier. Dans le cas d'une cémentation ou carbonitruration à haute température, la teneur en Nb doit de préférence être comprise entre 0,02 et 0,05 %.

Par ailleurs, il est envisageable d'ajouter à l'acier un ou plusieurs éléments permettant d'améliorer son usinabilité, à savoir du tellure (jusqu'à 0,02%), du sélénium (jusqu'à 0,04%), du plomb (jusqu'à 0,07%), du calcium (jusqu'à 0,05%), ou du bismuth (jusqu'à 0,08%)

Des essais ont été réalisés sur des échantillons d'acier massifs dont les compositions sont reportées dans le tableau 1.



Les échantillons 11 à 16 sont une première série d'échantillons d'acier qui ne sont pas utilisables dans le cadre de l'invention, en ce qu'ils ont une teneur en carbone supérieure à la limite exigée. Mais, comme on l'a dit, leur composition simule celle de la couche cémentée d'aciers qui seraient, à cœur, conformes à la composition requise dans le cadre de l'invention. Ils permettent d'évaluer aisément si cette composition serait adaptée à la résolution du problème posé, ce que des expériences similaires réalisées sur des échantillons d'acier utilisables dans le cadre de l'invention cémentés ou carbonitrurés ne permettraient pas de réaliser avec la même évidence. Le tableau 1 donne également la composition de divers échantillons de référence, non utilisables dans le cadre de l'invention et ne simulant pas de tels aciers, mais permettant d'apprécier l'aptitude aux déformations plastiques en service (déstabilisation de l'austénite résiduelle sous sollicitations cycliques) en fonction des éléments Mn et Si, pour des couches cémentées d'analyses proches de celles obtenues sur les aciers utilisables dans le cadre de l'invention. Pour tous les échantillons du tableau 1, la teneur en Ni était inférieure à 0,25%, la teneur en Al inférieure à 0,050%, la teneur en Cu inférieure à 0,2% et la teneur en N inférieure à 150 ppm, sachant que cette teneur en azote n'a rien d'impératif et pourrait être nettement supérieure sans sortir de l'esprit de l'invention. En effet une teneur en azote élevée n'est pas rédhibitoire pour les types d'acier en cause. Une teneur relativement élevée, de 70 à 250 ppm, est même conseillée dans le cas où la cémentation ou carbonitruration a lieu à haute température.

Tableau 1 : Compositions des échantillons de la première série d'essais (en % pondéraux)

N° échantillon		C	Mn	Si	Cr	Mo	S	P
Echantillons de référence	1	0,98	0,30	0,20	1,50	-	0,008	0,010
	2	0,985	0,345	1,04	1,49	0,017	0,009	0,007
	3	0,95	0,263	1,51	1,57	0,020	0,006	0,012
	4	0,97	0,297	2,06	1,52	0,019	0,006	0,008
	5	0,95	1,02	0,50	1,61	0,021	0,004	0,011
	6	0,95	1,02	2,50	1,57	0,021	0,007	0,011
	7	0,94	2,11	0,45	1,60	0,020	0,008	0,011
	8	0,97	2,05	1,51	1,54	0,019	0,008	0,011
	9	0,96	2,07	2,51	1,61	0,021	0,007	0,011
	10	0,77	1,26	0,25	1,06	0,107	0,029	0,018
Echantillons simulant les aciers utilisables dans l'invention	11	0,78	1,27	0,85	1,06	0,108	0,031	0,019
	12	0,77	1,25	1,45	1,05	0,106	0,031	0,013
	13	0,97	1,10	1,08	1,52	0,023	0,010	0,008
	14	0,83	1,02	0,98	1,39	0,003	0,009	0,008
	15	0,88	1,08	0,88	1,49	0,003	0,010	0,007
	16	0,86	1,06	1,07	1,53	0,002	0,008	0,007

- 5 Une première expérience a consisté à évaluer, pour ces divers échantillons, la stabilité de l'austénite résiduelle. D'une part, on a mesuré la température à laquelle 50% du volume d'austénite résiduelle a été déstabilisée en martensite. D'autre part, on a mesuré le pourcentage d'austénite résiduelle déstabilisée à 350°C, qui est une température de toute façon supérieure à celle
- 10 qu'atteignent les pièces de l'invention dans leurs utilisations privilégiées envisagées.

Tableau 2 : Mesures de stabilité de l'austénite résiduelle

N° échantillon		Température de déstabilisation (°C)	% d'austénite résiduelle déstabilisée à 350°C
Echantillons de référence	1	200	>95
	2	325	30
	3	350	35
	4	325	25
	5	200	>90
	6	400	<20
	7	275	>60
	8	400	<15
	9	425	<15
	10	220	100
Echantillons simulant les aciers utilisables dans l'invention	11	350	50
	12	400	15
	13	375	<20
	14	440	25
	15	425	35
	16	375	<45

On notera que d'une manière générale, les échantillons présentant la meilleure stabilité de l'austénite résiduelle sont ceux qui contiennent le plus de Si, la teneur en Mn exerçant également une influence en second rang. Les échantillons de référence 6, 8 et 9, qui ont au moins une des teneurs en Mn et Si au dessus de ce qu'exige l'invention, présentent de très bonnes caractéristiques de stabilité structurelle, mais avec les inconvénients que l'on a signalés plus haut. Les échantillons 12, 13 et 14 simulant les aciers utilisables dans l'invention ont une stabilité de l'austénite résiduelle très bonne. Celles des échantillons 11 et 16 sont moins bonnes. Mais l'échantillon 11, du fait de sa relativement faible teneur en silicium par rapport aux précédents, a une quantité d'austénite résiduelle faible au départ. Ce relatif manque de stabilité structurelle ne compromet donc pas l'obtention des propriétés recherchées pour les pièces de l'invention. Concernant l'échantillon 16, c'est principalement sa teneur relativement élevée en chrome qui fait que sa quantité initiale d'austénite

résiduelle est faible, et qu'on peut formuler à son propos les mêmes commentaires que pour l'échantillon 11.

Sur la figure 1, on a représenté la déformation rémanente subie lors d'un essai de fatigue-compression par un échantillon d'acier mis sous forme d'un plot cylindrique de diamètre 7mm et de hauteur 12mm en fonction du nombre de cycles, pour une contrainte de 2000 MPa, à température ambiante, et pour différentes teneurs en Si. Cet essai a concerné les échantillons 10, 11 et 12 du tableau 1, pour lesquels la teneur en Mn était de 1,25% environ, et la teneur en Si respectivement de 0,25%, 0,85% et 1,45%.

On voit que pour l'échantillon de référence 10 à 0,25% de Si, la déformation rémanente va de 0,42% après 5000 cycles à 0,75% après  $10^6$  cycles. En revanche, cette déformation rémanente est nettement plus faible pour les aciers simulant les aciers utilisables dans le cadre de l'invention. Pour l'échantillon 11 à 0,85% de Si, la déformation rémanente va de 0,21% après 5000 cycles à 0,32% après  $10^6$  cycles. Pour l'échantillon 12 à 1,45% de Si, la déformation rémanente va de 0,18% après 5000 cycles à 0,24% après  $10^6$  cycles.

La figure 2 illustre la déformation rémanente subie par divers échantillons, mis sous la forme précédemment citée, après  $10^6$  cycles, en fonction du couple (Si%, Mn%). On a reporté sur la figure les numéros des échantillons concernés, qui peuvent se répartir sur trois courbes, correspondant à des teneurs en Mn de l'ordre de 0,3%, 1% et 2%. Les meilleurs résultats sont obtenus avec les échantillons de référence, 2, 3, 5, 6 et avec les échantillons 13, 14, 15 et 16 simulant les aciers utilisables dans le cadre de l'invention, à savoir des déformations rémanentes inférieures à 0,8%. Cependant, on a vu que les échantillons 2, 3 et 5 avaient par ailleurs une stabilité de l'austénite résiduelle insuffisante, alors que l'échantillon 6 a une teneur en Si excessive, risquant d'aboutir à la formation d'îlots de ferrite et rendant la mise en forme de la pièce difficile. Les échantillons 13, 14, 15, 16 à 1% de Mn et 1% de Si environ donnent de bons résultats à tous points de vue.

La figure 3 illustre la déformation rémanente subie par deux échantillons d'une deuxième série d'essais, mis sous la forme précédemment citée, pour une contrainte de 1000 MPa, à température ambiante. Ces échantillons avaient les compositions reportées dans le tableau 3.

Tableau 3 : Compositions des échantillons de la deuxième série d'essais (en % pondéraux)

	C	Mn	Si	Cr	Mo	S	P
échantillon de référence	0,23	1,27	0,22	1,09	0,10	0,030	0,016
échantillon utilisable dans l'invention	0,23	1,32	0,95	1,11	0,10	0,032	0,016

- 5 L'échantillon à 0,95% de silicium était donc en tous points conforme aux aciers utilisables dans l'invention. L'échantillon de référence n'en différait que par sa plus faible teneur en silicium. On voit sur la figure 3 que l'élévation de la teneur en silicium jusqu'à une valeur conforme à celles exigées par l'invention procure la déformation rémanente faible souhaitée pour le cœur des
- 10 pièces cémentées de l'invention.

- Ces essais montrent que le meilleur compromis entre les différentes propriétés exigées, pour les pièces mécaniques cémentées devant être résistantes à la fatigue de contact et ne se déformer que très peu durant les traitements thermochimiques et durant leur utilisation, est obtenu pour les
- 15 aciers simulant la couche cémentée des aciers utilisés dans le procédé selon l'invention. Cela justifie la gamme de compositions imposée à ces aciers.

### REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une pièce mécanique en acier, caractérisé en ce qu'on fabrique une pièce en acier de composition, en pourcentages pondéraux :

- 5                   -  $0,12 \leq C \leq 0,30\%$
- $0,8 \leq Si \leq 1,5\%$
- $1,0 \leq Mn \leq 1,6\%$
- $0,4 \leq Cr \leq 1,6\%$
- $0 \leq Mo \leq 0,30\%$
- 10               -  $0 \leq Ni \leq 0,6\%$
- $0 \leq Al \leq 0,06\%$
- $0 \leq Cu \leq 0,30\%$
- $0 \leq S \leq 0,10\%$
- $0 \leq P \leq 0,03\%$
- 15               -  $0 \leq Nb \leq 0,050\%$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, et en ce qu'on fait subir à ladite pièce une cémentation sous basse pression ou une carbonitruration sous basse pression.

20               2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'acier contient au moins un élément sélectionné parmi jusqu'à 0,02% de Te, jusqu'à 0,04% de Se, jusqu'à 0,07% de Pb, jusqu'à 0,05% de Ca, jusqu'à 0,08% de Bi.

25               3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'acier contient de 0,008 à 0,05 % d'Al, de 0,02 à 0,05 % de Nb et de 0,007 à 0,025 % de N, et en ce que la cémentation ou la carbonitruration est pratiquée entre 950 et 1100 °C.

4. Pièce mécanique, caractérisée en ce qu'elle a été obtenue par le procédé selon l'une des revendications 1 à 3.

5. Pièce mécanique selon la revendication 4, caractérisée en ce qu'il s'agit d'une pièce de pignonnerie.

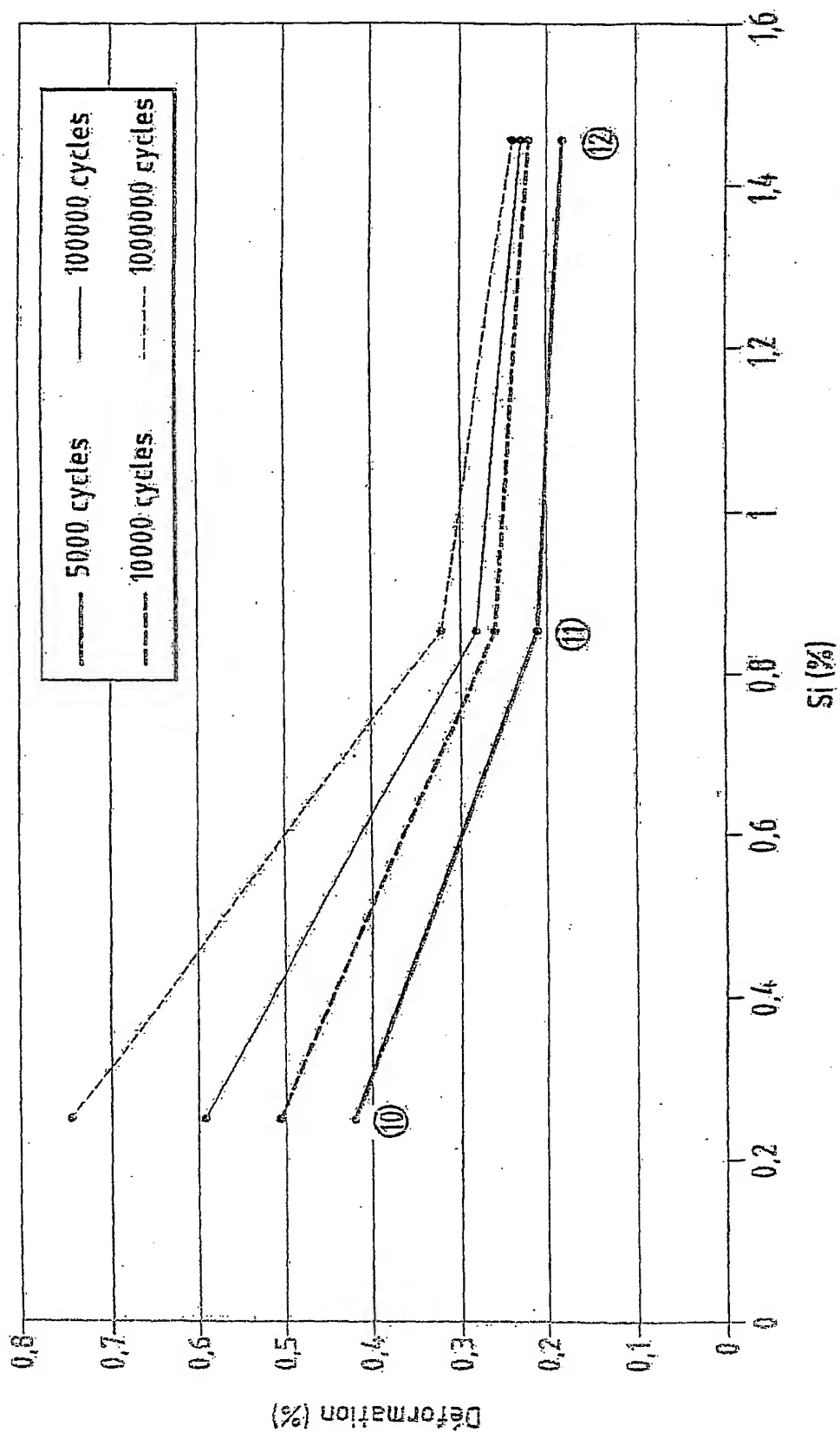


FIG.1

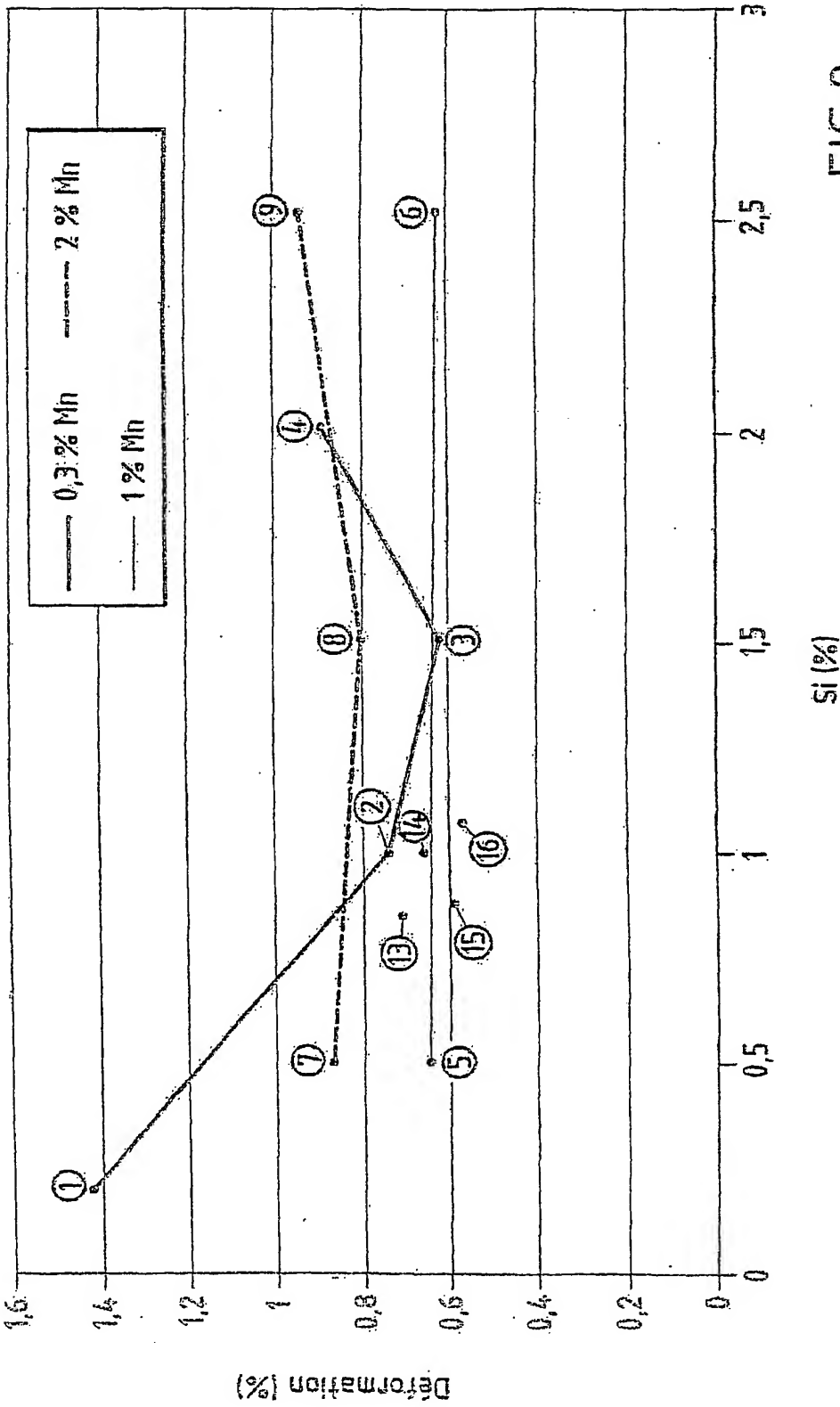


FIG.2



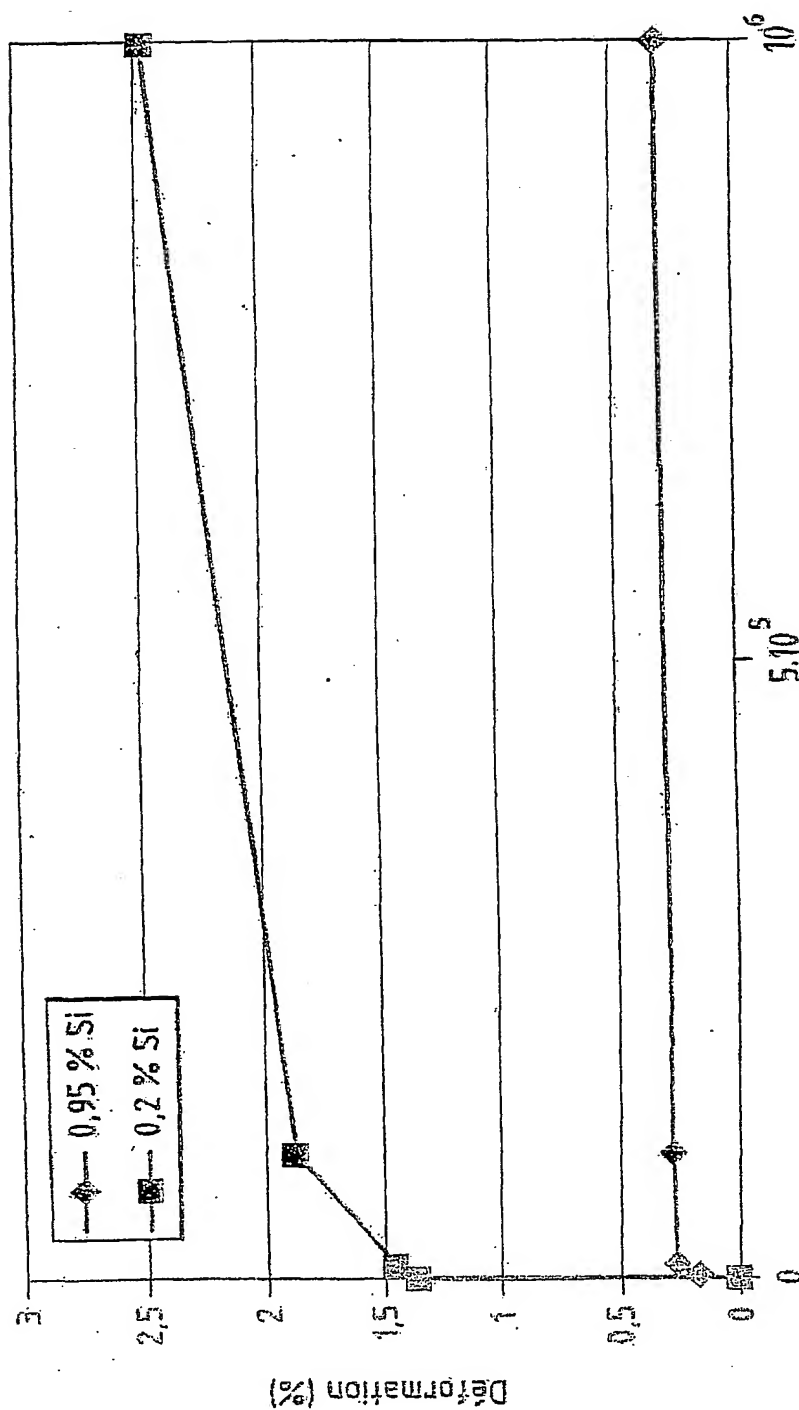


FIG. 3

Nombre de cycles

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int ☐ onal Application No

PCT/FR 02/02596

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C22C38/18 C22C38/04 C22C38/02 C23C8/22 C23C8/32

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C22C C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

PAJ, EPO-Internal, WPI Data, CHEM ABS Data, COMPENDEX

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 13, 5 February 2001 (2001-02-05) - & JP 2000 273574 A (MITSUBISHI SEIKO MURORAN TOKUSHUKO KK), 3 October 2000 (2000-10-03) abstract	1-5
X	EP 1 069 198 A (SUMITOMO METAL IND) 17 January 2001 (2001-01-17) claims 1-6 examples 1-5	1-5

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 October 2002

Date of mailing of the international search report

06/11/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Vlassi, E

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 02/02596

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1997, no. 07, 31 July 1997 (1997-07-31) -& JP 09 059756 A (KOBE STEEL LTD), 4 March 1997 (1997-03-04) abstract	1-5
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 03, 27 February 1998 (1998-02-27) -& JP 09 287644 A (TOA STEEL CO LTD), 4 November 1997 (1997-11-04) abstract	1,3-5
A		2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1997, no. 08, 29 August 1997 (1997-08-29) -& JP 09 111403 A (TOA STEEL CO LTD), 28 April 1997 (1997-04-28) abstract	1,3-5
A		2
X	EP 0 769 566 A (TOA STEEL CO LTD) 23 April 1997 (1997-04-23) claims 1-32 examples 1-3	1,3-5
A		2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 014, no. 470 (C-0769), 15 October 1990 (1990-10-15) -& JP 02 194149 A (NIPPON STEEL CORP), 31 July 1990 (1990-07-31) abstract	1,3-5
A		2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 08, 30 August 1996 (1996-08-30) -& JP 08 109435 A (TOA STEEL CO LTD), 30 April 1996 (1996-04-30) abstract	1,3-5
A		2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 180 (C-0935), 30 April 1992 (1992-04-30) -& JP 04 021757 A (NISSAN MOTOR CO LTD; OTHERS: 01), 24 January 1992 (1992-01-24) cited in the application abstract	1,3-5
A		2
A	EP 0 465 333 A (AUBERT & DUVAL ACIERIES) 8 January 1992 (1992-01-08) page 3, line 1 -page 4, line 57	1-5
	--- -/--	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int ional Application No

PCT/FR 02/02596

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>FR 2 784 692 A (AUBERT &amp; DUVAL SA)  21 April 2000 (2000-04-21)  claims 1-14</p> <p>-----</p>	1-5

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) / July 1992

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 02/02596

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2000273574	A	03-10-2000	NONE	
EP 1069198	A	17-01-2001	CA 2323952 A1 EP 1069198 A1 CN 1293716 T WO 0044953 A1 JP 2000282172 A JP 2001214241 A	03-08-2000 17-01-2001 02-05-2001 03-08-2000 10-10-2000 07-08-2001
JP 09059756 4	A		NONE	
JP 09287644 4	A		NONE	
JP 09111403 4	A		NONE	
EP 0769566	A	23-04-1997	US 5746842 A EP 0769566 A1	05-05-1998 23-04-1997
JP 02194149 4	A		NONE	
JP 08109435 4	A		NONE	
JP 04021757 4	A		NONE	
EP 0465333	A	08-01-1992	FR 2663953 A1 AT 119214 T CA 2046052 A1 DE 69107708 D1 DE 69107708 T2 EP 0465333 A1 ES 2071251 T3 US 5205873 A	03-01-1992 15-03-1995 03-01-1992 06-04-1995 21-09-1995 08-01-1992 16-06-1995 27-04-1993
FR 2784692	A	21-04-2000	FR 2784692 A1 BR 9916944 A EP 1042524 A1 WO 0023632 A1	21-04-2000 20-11-2001 11-10-2000 27-04-2000

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Doc. Internationale No

PCT/FR 02/02596

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 C22C38/18 C22C38/04 C22C38/02 C23C8/22 C23C8/32

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C22C C23C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

PAJ, EPO-Internal, WPI Data, CHEM ABS Data, COMPENDEX

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 13, 5 février 2001 (2001-02-05) -& JP 2000 273574 A (MITSUBISHI SEIKO MURORAN TOKUSHUKO KK), 3 octobre 2000 (2000-10-03) abrégé	1-5
X	EP 1 069 198 A (SUMITOMO METAL IND) 17 janvier 2001 (2001-01-17) revendications 1-6 exemples 1-5	1-5



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

## \* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

\*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

\*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

\*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

\*G\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

29 octobre 2002

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

06/11/2002

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Vlassi, E

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De de Internationale No  
PCT/FR 02/02596

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1997, no. 07, 31 juillet 1997 (1997-07-31) -& JP 09 059756 A (KOBE STEEL LTD), 4 mars 1997 (1997-03-04) abrégé	1-5
X	---	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 03, 27 février 1998 (1998-02-27) -& JP 09 287644 A (TOA STEEL CO LTD), 4 novembre 1997 (1997-11-04) abrégé	1,3-5
A	---	2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1997, no. 08, 29 août 1997 (1997-08-29) -& JP 09 111403 A (TOA STEEL CO LTD), 28 avril 1997 (1997-04-28) abrégé	1,3-5
A	---	2
X	EP 0 769 566 A (TOA STEEL CO LTD) 23 avril 1997 (1997-04-23) revendications 1-32 exemples 1-3	1,3-5
A	---	2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 014, no. 470 (C-0769), 15 octobre 1990 (1990-10-15) -& JP 02 194149 A (NIPPON STEEL CORP), 31 juillet 1990 (1990-07-31) abrégé	1,3-5
A	---	2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 08, 30 août 1996 (1996-08-30) -& JP 08 109435 A (TOA STEEL CO LTD), 30 avril 1996 (1996-04-30) abrégé	1,3-5
A	---	2
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 180 (C-0935), 30 avril 1992 (1992-04-30) -& JP 04 021757 A (NISSAN MOTOR CO LTD; OTHERS: 01), 24 janvier 1992 (1992-01-24) cité dans la demande abrégé	1,3-5
A	---	2
A	EP 0 465 333 A (AUBERT & DUVAL ACIERIES) 8 janvier 1992 (1992-01-08) page 3, ligne 1 -page 4, ligne 57	1-5
	---	
	-/--	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dé de Internationale No  
PCT/FR 02/02596

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 784 692 A (AUBERT & DUVAL SA) 21 avril 2000 (2000-04-21) revendications 1-14 -----	1-5



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

De l'Office Internationale No

PCT/FR 02/02596

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2000273574 A	03-10-2000	AUCUN	
EP 1069198 A	17-01-2001	CA 2323952 A1 EP 1069198 A1 CN 1293716 T WO 0044953 A1 JP 2000282172 A JP 2001214241 A	03-08-2000 17-01-2001 02-05-2001 03-08-2000 10-10-2000 07-08-2001
JP 09059756 4 A		AUCUN	
JP 09287644 4 A		AUCUN	
JP 09111403 4 A		AUCUN	
EP 0769566 A	23-04-1997	US 5746842 A EP 0769566 A1	05-05-1998 23-04-1997
JP 02194149 4 A		AUCUN	
JP 08109435 4 A		AUCUN	
JP 04021757 4 A		AUCUN	
EP 0465333 A	08-01-1992	FR 2663953 A1 AT 119214 T CA 2046052 A1 DE 69107708 D1 DE 69107708 T2 EP 0465333 A1 ES 2071251 T3 US 5205873 A	03-01-1992 15-03-1995 03-01-1992 06-04-1995 21-09-1995 08-01-1992 16-06-1995 27-04-1993
FR 2784692 A	21-04-2000	FR 2784692 A1 BR 9916944 A EP 1042524 A1 WO 0023632 A1	21-04-2000 20-11-2001 11-10-2000 27-04-2000

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**